

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-086265  
(43)Date of publication of application : 28.03.2000

(51)Int.Cl.

C03B 37/014  
G02B 6/00

(21)Application number : 10-279383

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

(22)Date of filing : 14.09.1998

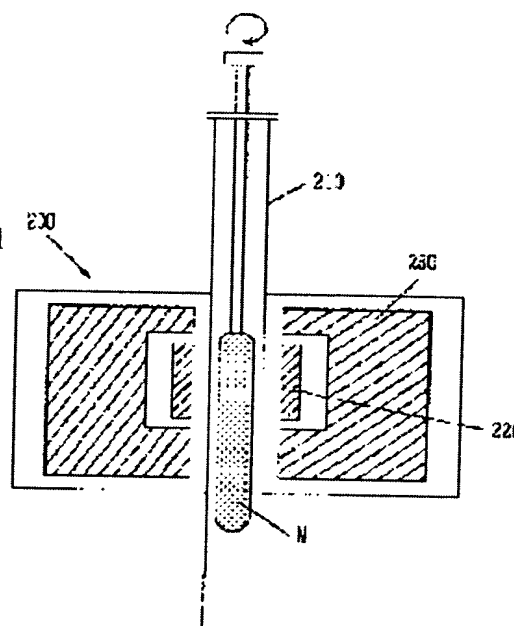
(72)Inventor : KUDO MANABU  
GOTO TAKAKAZU  
HARADA KOICHI  
TAKAHASHI KOICHI

## (54) PRODUCTION OF OPTICAL FIBER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide the production which enables inhibition of impurities from entering the side of the preform from the side of a heating furnace so that the impurity content in the resulting optical fiber is a lowest possible value, in a stage for sintering an optical fiber porous preform.

**SOLUTION:** In this production, a stage for sintering an optical fiber porous preform M comprises subjecting the optical fiber porous preform M to dehydration and sintering by using a heating furnace 200 provided with a heat insulating material 230 or carbon heater 220, each having a  $\leq 100$  ppm content of ash contained in or stuck to the material 230 or heater 220, or further, both of the heat insulating material 230 and carbon heater 220, wherein by using the heat insulating material 230, carbon heater 220 or both of them, unnecessary ash can effectively be inhibited from entering into the side of an optical fiber transmission section (a core and a part of a clad, in the vicinity of the core), to produce a low-loss optical fiber.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.05.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2 0 0 0 - 8 6 2 6 5

(P 2 0 0 0 - 8 6 2 6 5 A)

(43) 公開日 平成12年3月28日 (2000. 3. 28)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

C 0 3 B 37/014

G 0 2 B 6/00

識別記号

3 5 6

F I

C 0 3 B 37/014

G 0 2 B 6/00

テマート\* (参考)

Z 4G021

3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数 2

F D

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-279383

(22) 出願日 平成10年9月14日 (1998. 9. 14)

(71) 出願人 000005186

株式会社フジクラ

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 工藤 学

千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社フジ  
クラ佐倉工場内

(72) 発明者 後藤 孝和

千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社フジ  
クラ佐倉工場内

(74) 代理人 100080366

弁理士 石戸谷 重徳

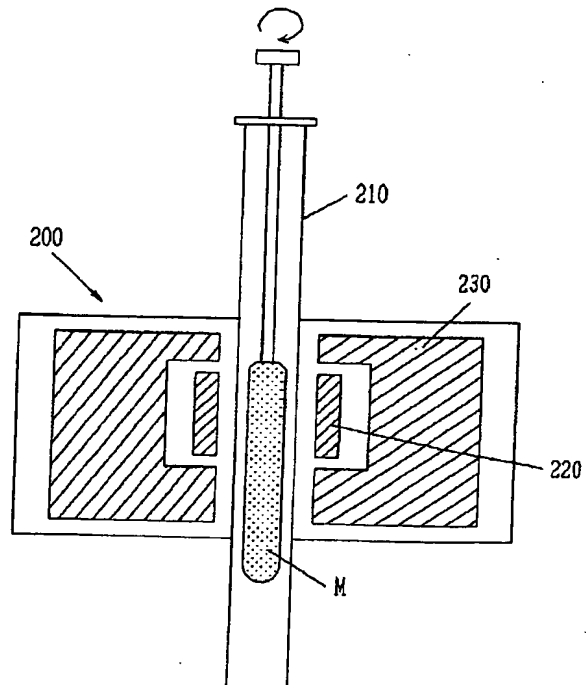
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光ファイバの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程において、加熱炉側からの不純物の侵入を極力抑えるようにした光ファイバの製造方法を提供せんとするものである。

【解決手段】 かゝる本発明は、光ファイバ用多孔質母材Mを焼結する工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材230又はカーボンヒータ220、更にはこれらの両方を備えた加熱炉200を用いて、光ファイバ用多孔質母材Mを脱水焼結する光ファイバの製造方法にあり、上記断熱材230又はカーボンヒータ220、更にはこれらの両方を用いることで、光ファイバの伝送部（コア及びコア近傍のクラッド部分）側への不要な灰分の侵入を効果的に抑制することができ、低損失の光ファイバを得ることができる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程において、含有乃至付着灰分が 100 ppm 以下の断熱材又はカーボンヒータ、更にはこれらの両方を備えた加熱炉を用いて、光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結することを特徴とする光ファイバの製造方法。

【請求項 2】 前記含有乃至付着灰分が 100 ppm 以下の断熱材又はカーボンヒータは、ハロゲンガスによる処理によって高純度化されたものであることを特徴とする請求項 1 記載の光ファイバの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程において、加熱炉側からの不純物の侵入を極力抑えるようにした光ファイバの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 現在、光通信やマルチメディアの普及に向けて、光ファイバの需要にはめざましいものがあり、その導入にあたっては、さらなる光ファイバの低コスト化が要求されている。この低コスト化のためには、母材の大型化、母材製造や光ファイバ紡糸の高速化、高品質化などが重要である。

【0003】 特に光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程においては、加熱炉側からの不純物の侵入を極力抑えて、高品質化を図ることが要求されている。

【0004】 先ず、光ファイバ用多孔質母材は、例えば図 1 に示すような VAD 法によるデホジション工程によって製造される。この方法では、反応装置（容器）110 内に回転自在の支持棒 120 を垂下させると共に、その下端には、最下端からコア用バーナ 131、及び複

数本のクラッド用バーナ 132、133 を対峙させてある。

【0005】 そして、これらの各バーナ 131、132、133 からは、 $\text{SiCl}_4$  などのガラス原料や  $\text{GeCl}_4$  などのドーパント、燃焼ガス（ $\text{O}_2$  や  $\text{H}_2$  ガスなど）、さらには不活性ガスなどを噴出させ、燃焼ガスによる酸水素火炎中で加水分解反応を生じさせて、コア用バーナ 131 部分ではコア用スート（ $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GeO}_2$ ）を上記支持棒下端のターゲットに堆積させる一方、クラッド用バーナ 132、133 部分ではこのコア用スートの外周に重ねてクラッド用スート（ $\text{SiO}_2$ ）を堆積させている。この堆積は、支持棒 120 を回転させながら行い、その成長に合わせて、支持棒 120 を引き上げ、円柱状の光ファイバ用多孔質母材 M を得ている。なお、未堆積スートや燃焼済みガスなどは、反応装置 110 の排気機構 140 を通じて適宜外部に排出させている。

【0006】 また、この光ファイバ用多孔質母材 M において、クラッド部分は必要とされる全部を一度に堆積さ

せてもよいが、その一部を堆積させることもできる。このクラッドの一部を堆積させた場合には、後述するように、光ファイバ用多孔質母材 M を焼結して透明ガラス化した後、適宜延伸し、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、焼結することが必要となる。

【0007】 この光ファイバ用多孔質母材 M の焼結は、図 2 に示すような加熱炉（焼結炉）200 を用いた焼結工程によって行われる。この加熱炉 200 は、中心に長尺な炉心管 210 を有すると共に、炉心管 210 の外周に設置された加熱用のカーボンヒータ 220 とこのカーボンヒータ 220 の外側に充填されたカーボン断熱材 230 などを備えてなり、その焼結時には、炉心管 210 部分に光ファイバ用多孔質母材 M を支持棒（ダミー棒）を介して垂下させ、カーボンヒータ 220 による加熱によって、脱水焼結させ、透明ガラス化させている。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、このようにして透明ガラス化された光ファイバ母材から得られる光ファイバにあっては、通常 1.3  $\mu\text{m}$  用のシングルモード（SM）光ファイバの場合、その損失特性が 0.34 ~ 0.37 dB/Km 程度と大きなバラツキがあった。特に加熱炉 200 が真新しい状態から立ち上げる初期の製造にあっては、さらに損失特性のバラツキが大きくなり、0.34 ~ 0.40 dB/Km 程度の損失が見られた。

【0009】 これまで、新規装置の立ち上がり時の場合は別として、0.34 ~ 0.37 dB/Km 程度の損失特性であれば、特に問題とならなかったものの、近年、光ファイバの低損失化がさらに要求され、その損失特性としては、0.33 ~ 0.34 dB/Km 程度のものが要求される。

【0010】 この要求を満たすためには、光ファイバの伝送部（コア及びコア近傍のクラッド部分）に Fe、Cr、Al、Cu、Si、Mg などからなる金属酸化物などの不純物（灰分）が、極微量でも含まれないようにすることが必要である。

【0011】 これまでも、光ファイバへの不純物の侵入を避けるため、主として、加熱下におかれる炉心管の材質の高純度化や、この炉心管内部に流すガスの高純度化を図ってきたが、上記 0.33 ~ 0.34 dB/Km 程度のバラツキの小さい損失特性を実現するためには、十分とは言えなかった。

【0012】 そこで、本発明者等は、不純物侵入の領域として、炉心管の外壁にも着目し、断熱材やカーボンヒータについて、種々の試験を行ったところ、これらの材料についても高純度化することで、上記目標とする 0.33 ~ 0.34 dB/Km 程度のバラツキの小さい低損失の光ファイバが得られることを見出した。

【0013】 本発明は、このような観点に立ってなされたもので、高純度化された断熱材やカーボンヒータを備

えた加熱炉を用いて、光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結する光ファイバの製造方法を提供せんとするものである。

#### 【0014】

【課題を解決するための手段】請求項1記載の本発明は、光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータ、更にはこれらの両方を備えた加熱炉を用いて、光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結することの特徴とする光ファイバの製造方法にある。

【0015】請求項2記載の本発明は、前記含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータは、ハロゲンガスによる処理によって高純度化されたものであることを特徴とする請求項1記載の光ファイバの製造方法にある。

#### 【0016】

【発明の実施の形態】本発明に係る光ファイバの製造方法では、上記図2に示すような加熱炉において、用いる断熱材又はカーボンヒータの含有乃至付着灰分（不純物）を100ppm以下とし、これらの一方か、或いは両方を用いた加熱炉によって、光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結するものである。

【0017】そうすると、焼結の際、断熱材やカーボンヒータ側から遊離乃至飛散する灰分が少なく、何らかの経路を通じて、炉心管内に侵入する灰分も極力抑えられるため、光ファイバの伝送部（コア及びコア近傍のクラッド部分）側への不要な灰分の侵入が効果的に防止される。この結果として、後述の実施例から明らかなように、このような条件下で焼結された光ファイバ母材を用いて得られた光ファイバは、0.33~0.34dB/Km程度の低損失で、バラツキの小さいものが得られた。ここで、灰分とは、上述の場合と同様、Fe, Cr, Al, Cu, Si, Mgなどからなる金属酸化物などの不純物をいう。

【0018】この含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータは、例えばこれらの断熱材又はカーボンヒータを閉じた反応装置系などに入れて、高温下で、塩素系ガスやフッ素系ガスなどのハロゲンガスを供給循環させる高純度化の処理によって得られる。つまり、この高純度化処理では、高温下で反応性に富むハロゲンガスによって、断熱材やカーボンヒータに含有乃至付着された金属酸化物などの灰分がハロゲンにより置換されて除去されるものと推論される。

【0019】ここで、含有乃至付着灰分量を100ppm以下としたのは、高純度化の処理を行わない通常の断熱材やカーボンヒータの場合、一般的にその含有乃至付着灰分量が1000ppm程度であるとされており、一方、上記のようにハロゲンガスによる高純度化の処理を行っても、灰分量を完全にゼロにすることは難しいため、100ppm以下のものを許容できる範囲としたこ

とによる。

【0020】また、光ファイバの灰分の混入による損失は、光ファイバの伝送部（コア及びコア近傍のクラッド部分）側でより顕著に現れるため、本発明では、コア及びクラッドの全部を一度に堆積させた光ファイバ用多孔質母材を焼結する場合はもちろんのこと、少なくともコア及びクラッドの一部（コア近傍のクラッド部分）を堆積させた光ファイバ用多孔質母材を焼結する場合も含むものである。このコア近傍のクラッド部分の具体的な値としては、得られるファイバ径が125μmの場合、このファイバ径に換算して、50μm以下の部分をなすクラッド部分である。したがって、また、この50μmを越える部分のクラッド部分（具体的に外付け法などによって再堆積させたクラッド部分）にあっては、通常の高純度化していない断熱材やカーボンヒータを用いた加熱炉を使用しても、損失特性に大きな影響を与えないことが確認された。

【0021】〈実施例1〉図1に示すようなデホジッショ工程によって、太さ150mm、長さ1000mmで、コア及びクラッドの一部からなる光ファイバ用多孔質母材を製造し、次に、図2に示すような焼結工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の高純度化された断熱材を備えた加熱炉を用いて、この光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結した。

【0022】なお、この際、加熱炉の炉心管内にはHeガスと塩素系ガスを所定量流入させると共に、その外部にはArガスを所定量流入させて不活性雰囲気とした。また、このときヒータ温度は1600℃、光ファイバ用多孔質母材のトラバース速度は200mm/時間であった。

【0023】この焼結工程によって、透明ガラス化された光ファイバ母材は、125μmのファイバ径換算で40μmであった。そこで、この光ファイバ母材を適宜延伸した後、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、脱水焼結して透明ガラス化し、引き続き、ファイバ化して目的とする光ファイバを得た。同様の条件にてさらに複数本の光ファイバを得、これらについて、損失特性を測定したところ、いずれも0.33~0.34dB/Km程度で、小さなバラツキの範囲内に納まっていた。

【0024】〈実施例2〉図1に示すようなデホジッショ工程によって、太さ150mm、長さ1000mmで、コア及びクラッドの一部からなる光ファイバ用多孔質母材を製造し、次に、図2に示すような焼結工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の高純度化されたカーボンヒータを備えた加熱炉を用いて、この光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結した。

【0025】なお、この際、加熱炉の炉心管内にはHeガスと塩素系ガスを所定量流入させると共に、その外部にはArガスを所定量流入させて不活性雰囲気とした。

また、このときヒータ温度は1600℃、光ファイバ用多孔質母材のトラバース速度は200mm/時間であった。

【0026】この焼結工程によって、透明ガラス化された光ファイバ母材は、125μmのファイバ径換算で40μmであった。そこで、この光ファイバ母材を適宜延伸した後、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、脱水焼結して透明ガラス化し、引き続き、ファイバ化して目的とする光ファイバを得た。同様の条件にてさらに複数本の光ファイバを得、これらについて、損失特性を測定したところ、いずれも0.33~0.34dB/Km程度で、やはり小さなバラツキの範囲内に納まっていた。

【0027】〈実施例3〉図1に示すようなデホジッショ工程によって、太さ150mm、長さ1000mmで、コア及びクラッドの一部からなる光ファイバ用多孔質母材を製造し、次に、図2に示すような焼結工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の高純度化された断熱材及びカーボンヒータを備えた加熱炉を用いて、この光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結した。

【0028】なお、この際、加熱炉の炉心管内にはHeガスと塩素系ガスを所定量流入させると共に、その外部にはArガスを所定量流入させて不活性雰囲気とした。また、このときヒータ温度は1600℃、光ファイバ用多孔質母材のトラバース速度は200mm/時間であった。

【0029】この焼結工程によって、透明ガラス化された光ファイバ母材は、125μmのファイバ径換算で40μmであった。そこで、この光ファイバ母材を適宜延伸した後、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、脱水焼結して透明ガラス化し、引き続き、ファイバ化して目的とする光ファイバを得た。同様の条件にてさらに複数本の光ファイバを得、これらについて、損失特性を測定したところ、いずれも0.33~0.34dB/Km程度で、この場合もやはり小さなバラツキの範囲内に納まっていた。

【0030】〈比較例1〉図1に示すようなデホジッショ工程によって、太さ150mm、長さ1000mmで、コア及びクラッドの一部からなる光ファイバ用多孔質母材を製造し、次に、図2に示すような焼結工程において、高純度化処理がされていない通常の断熱材及びカーボンヒータを備えた加熱炉を用いて、この光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結した。

【0031】なお、この際、加熱炉の炉心管内にはHeガスと塩素系ガスを所定量流入させると共に、その外部にはArガスを所定量流入させて不活性雰囲気とした。また、このときヒータ温度は1600℃、光ファイバ用多孔質母材のトラバース速度は200mm/時間であった。

【0032】この焼結工程によって、透明ガラス化され

た光ファイバ母材は、125μmのファイバ径換算で40μmであった。そこで、この光ファイバ母材を適宜延伸した後、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、脱水焼結して透明ガラス化し、引き続き、ファイバ化して目的とする光ファイバを得た。同様の条件にて、さらに複数本の光ファイバを得、これらについて、損失特性を測定したところ、0.34~0.37dB/Km程度の範囲内で、大きなバラ付きが見られた。

【0033】〈比較例2〉図1に示すようなデホジッショ工程によって、太さ150mm、長さ1000mmの光ファイバ用多孔質母材を製造した。ここでは、125μmのファイバ径換算で50μmとなるようにクラッド用スートの堆積量を調整した。次に、図2に示すような焼結工程において、高純度化処理がされていない通常の断熱材及びカーボンヒータを備えた加熱炉を用いて、この光ファイバ用多孔質母材を脱水焼結した。

【0034】なお、この際、加熱炉の炉心管内にはHeガスと塩素系ガスを所定量流入させると共に、その外部にはArガスを所定量流入させて不活性雰囲気とした。また、このときヒータ温度は1600℃、光ファイバ用多孔質母材のトラバース速度は200mm/時間であった。

【0035】この焼結工程によって、透明ガラス化された光ファイバ母材を適宜延伸した後、外付け法によって再度クラッド用スートを堆積させ、脱水焼結して透明ガラス化し、引き続き、ファイバ化して目的とする光ファイバを得た。同様の条件にて、さらに複数本の光ファイバを得、これらについて、損失特性を測定したところ、0.34~0.37dB/Km程度の範囲内で、やはり大きなバラ付きが見られた。

【0036】なお、上記実施の形態では、対象とする光ファイバが1.3μm用のシングルモード(SM)光ファイバを前提としたものであったが、本発明は、これに限定されず、ステップインデックス(SI)光ファイバやグレーデッドデックス(GI)光ファイバなどの他の光ファイバにも適用することができる。

【0037】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明に係る光ファイバの製造方法によれば、次のような優れた効果が得られる。

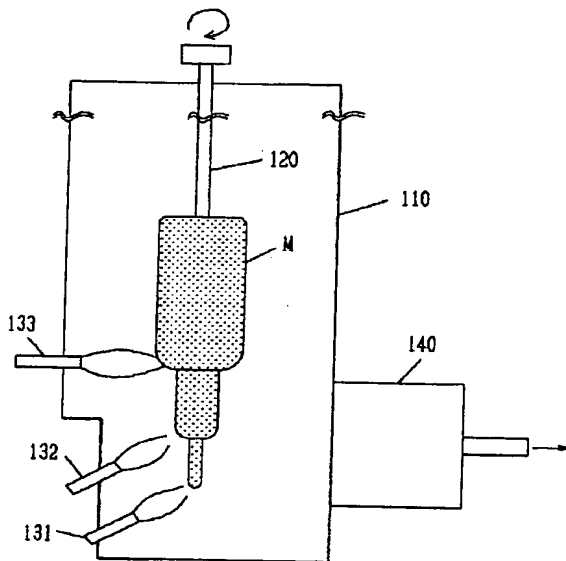
【0038】(1) 先ず、光ファイバ用多孔質母材を焼結する工程において、含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータ、更にはこれらの両方を備えた加熱炉を用いてあるため、光ファイバの伝送部(コア及びコア近傍のクラッド部分)側への不要な灰分の侵入を効果的に抑制することができる。したがって、結果として、0.33~0.34dB/Km程度の低損失で、バラツキの小さい光ファイバを得ることができる。

【0039】(2) また、上記のように使用する加熱炉

が当初から、含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータ、更にはこれらの両方を備えたもので、灰分量が少ないものであるため、新規装置の立ち上がり初期時の製造にあっても、殆ど影響されることがなく、低損失の光ファイバを得ることができる。したがって、従来のように、新規装置の立ち上がり初期時に必要とされた馴らし運転のような期間は不要となる。

【0040】(3)さらに、このような含有乃至付着灰分が100ppm以下の断熱材又はカーボンヒータ、更にはこれらの両方を備えた加熱炉を用いるのを、光ファイバの伝送部(コア及びコア近傍のクラッド部分)に対応する部分まで成長された光ファイバ用多孔質母材(コア及びクラッドの一部まで堆積させたもの)した場合、その後の再焼結の際には、高純度化处理がされていない

【図1】



通常の断熱材及びカーボンヒータを備えた従来型の安価な加熱炉で十分対応することができ、結果としてコストダウンが可能となる。

【図面の簡単な説明】

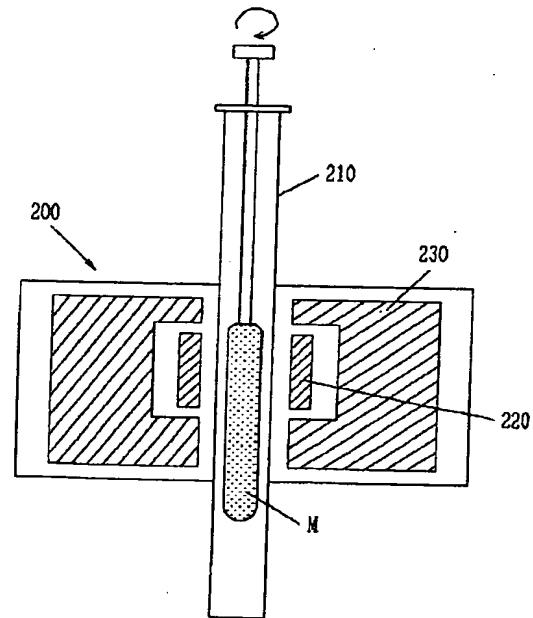
【図1】 光ファイバ製造におけるデホジション工程の一例を示した概略説明図である。

【図2】 光ファイバ製造における焼結工程の一例を示した概略説明図である。

【符号の説明】

10	200	加熱炉(焼結炉)
	210	炉心管
	220	ヒータ
	230	断熱材
	M	光ファイバ用多孔質母材

【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 原田 光一  
千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社フジ  
クラ佐倉工場内

(72)発明者 高橋 浩一  
千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社フジ  
クラ佐倉工場内  
Fターム(参考) 4G021 CA12